

(19)日本国特許庁 (JP)

(12) 公開特許公報 (A)

(11)特許出願公開番号

特開平5-271709

(43)公開日 平成5年(1993)10月19日

(51)Int.Cl.⁵

B 22 F 3/02

識別記号

庁内整理番号

F I

技術表示箇所

M

審査請求 有 請求項の数22(全 12 頁)

(21)出願番号 特願平4-183585

(22)出願日 平成4年(1992)7月10日

(31)優先権主張番号 835808

(32)優先日 1992年2月14日

(33)優先権主張国 米国(US)

(71)出願人 592150114

ホガニーズ コーポレイション
アメリカ合衆国, ニュージャージー
08077 リバートン, リバー ロード ア
ンド テイラーズ レーン(番地なし)

(72)発明者 ハワード ジー. ラッツ
アメリカ合衆国, ペンシルバニア 18940,
ニュータウン, バリー ビュー ウェイ
103

(72)発明者 シドニー ルック
アメリカ合衆国, ペンシルバニア 19444,
ラファイエット ヒル, リッジ バイク
250, ビー3501

(74)代理人 弁理士 青木 朗 (外4名)

(54)【発明の名称】 焼結金属部材の製造方法及びそのための金属粉末組成物

(57)【要約】

【目的】 アミド潤滑物を含有する金属粉末組成物から
焼結部材を製造する方法を提供する。

【構成】 構成物は鉄基粉末及びモノカルボン酸、ジカルボン酸、及びジアミンの反応生成物である潤滑剤とを
含んで成る。この組成物は型中で、好ましくは約370
°C以下の高温度で、通常の加圧成形圧力で加圧成形さ
れ、その後標準粉末冶金技術に従って焼結される。

【特許請求の範囲】

【請求項1】 (a) (i) 鉄基金属粉末および(ii) 約15wt%以下のアミド潤滑剤を含む金属粉末組成物であって、前記潤滑剤は、約10～30wt%のC₆～C₁₂である線状ジカルボン酸と、約10～30wt%のC₁₀～C₁₂であるモノカルボン酸と、約40～80wt%のxが2～6である式(CH₂)_x(CH₃)₂を持つジアミンとの反応生成物である金属粉末組成物を供給する工程。

(b) 前記金属粉末組成物を型内で約370°C以下の温度で加圧成形する工程、および

(c) 前記加圧成形した組成物を焼結する工程を含む焼結金属部材の製造方法。

【請求項2】 前記加圧成形工程を少なくとも約150°Cの温度で行う請求項1記載の方法。

【請求項3】 前記モノカルボン酸がステアリン酸である請求項1記載の方法。

【請求項4】 前記ジカルボン酸がセバシン酸である請求項1記載の方法。

【請求項5】 前記ジアミンがエチレンジアミンである請求項1記載の方法。

【請求項6】 前記モノカルボン酸がステアリン酸であり、前記ジカルボン酸がセバシン酸であり且つ前記ジアミンがエチレンジアミンであって、前記アミド潤滑剤が少なくとも約150°Cの温度で開始する溶融領域を持つ請求項2記載の方法。

【請求項7】 前記鉄基粉末が、モリブデン、マンガン、マグネシウム、クロム、珪素、銅、ニッケル、金、バナジウム、ニオブ、炭素、黒鉛、燐およびアルミニウムから成る群から選択された少なくとも一種の合金元素を含有する請求項2記載の方法。

【請求項8】 前記鉄基粉末が、予め合金化された鉄を含有する請求項7記載の方法。

【請求項9】 前記予め合金化された鉄基粉末が、合金元素として約0.5～2.5wt%の量の溶融したモリブデンを含む鉄を噴霧化した粉末である請求項8記載の方法。

【請求項10】 前記鉄基粉末が、二種類の予め合金化された鉄の粉末混合物であり、第一の粉末は約0.5～約3wt%のモリブデンを含有し且つ第二の粉末は少なくとも0.15wt%の炭素と、クロム、マンガン、バナジウム、ニオブ、およびこれらの組合せから成る群から選択された少なくとも約25wt%の遷移元素とを含む請求項8記載の方法。

【請求項11】 前記予め合金化した鉄基粉末が、約0.5～0.6wt%のモリブデン、約1.5～2.0wt%のニッケル、および約0.1～0.25wt%のマンガンを含む予め合金化されている鉄を含む請求項8記載の方法。

【請求項12】 前記潤滑剤が、0.1～約1wt%の量

を存在する請求項2記載の方法。

【請求項13】 前記加圧成形工程を約25～55ton/inch²の圧力で行う請求項12記載の方法。

【請求項14】 前記アミド潤滑剤が、少なくとも65wt%のジアミンを含有する請求項2記載の方法。

【請求項15】 (a) 鉄基粉末および(b) 約15wt%以下のアミド潤滑剤を含む鉄基粉末組成物であって、前記アミド潤滑剤は、約10～30wt%のC₆～C₁₂である線状ジカルボン酸と、約10～30wt%のC₁₀～C₁₂であるモノカルボン酸と、約40～80wt%のxが2～6である式(CH₂)_x(CH₃)₂を持つジアミンとの反応生成物である鉄基粉末組成物。

【請求項16】 前記モノカルボン酸が、ステアリン酸である請求項15記載の組成物。

【請求項17】 前記ジカルボン酸が、セバシン酸である請求項15記載の組成物。

【請求項18】 前記ジアミンが、エチレンジアミンである請求項15記載の組成物。

【請求項19】 前記モノカルボン酸がステアリン酸であり、前記ジカルボン酸がセバシン酸であり且つ前記ジアミンがエチレンジアミンであって、前記アミド潤滑剤が少なくとも約150°Cの温度で開始する溶融領域を持つ請求項15記載の組成物。

【請求項20】 前記潤滑剤が約0.1～約1wt%の量で存在する請求項19記載の粉末組成物。

【請求項21】 前記鉄基粉末が、モリブデン、マンガン、マグネシウム、クロム、珪素、銅、ニッケル、金、バナジウム、ニオブ、炭素、黒鉛、燐およびアルミニウムから成る群から選択された少なくとも一種の合金化元素を予め合金化している鉄を含んで成る請求項19記載の粉末組成物。

【請求項22】 ジアミンが前記反応生成物の少なくとも約65wt%を構成する請求項15記載の粉末組成物。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【産業上の利用分野】 本発明は、潤滑化された金属粉末組成物を高温で加圧成形して、焼結部材を製造する方法に関する。本発明はさらに、高い加圧成形温度に適するアミド潤滑剤と混合した鉄基粉末の組成物に関する。

【0002】

【従来の技術】 一般に粉末冶金技術においては、金属粉末を加圧成形して金属部材を形成するために標準的な4種類の成形温度域が用いられる。すなわち、冷却圧縮(外周温度以下での圧縮)、熱間圧縮(金属粉末が加工硬化を維持できる温度以上での圧縮)と、温間圧縮(冷間圧縮と熱温圧縮の間の温度での圧縮)である。

【0003】 外周温度以上の温度での圧縮には明確な利点がある。ほとんどの金属の引張り強度及び加工硬化率は温度の上昇と共に減少し、そして低い成形圧縮力でも密度及び強度を向上させることができる。しかしな

がら、極めて高い温度での熱間圧縮は製造上の問題を引き起し、そして型（ダイ）の摩耗を促進する。そのため、従来の努力は、温間圧縮方法の改良およびそれに適した金属組成物とに向けられている。

【0004】温間圧縮にも型から加圧成形した部材を抜き出す際に発生する型壁の摩耗という問題がある。Muse 11a の米国特許第4, 955, 798号のように、150°C (300°F) 以下の融点を持つ潤滑剤を用いて圧縮成形が行なえるように、種々の潤滑剤が従来用いられている。しかしながら、これらの公知の潤滑剤を用いて上記の温度以上で行う圧縮は、潤滑剤の劣化を招く結果、型のかき傷および摩耗を発生させる。

【0005】このため、高い圧縮温度にも耐え得る潤滑性のある粉末組成物を明確に決定する必要がある。このような金属粉末組成物は密度およびその他の強度が向上したものとなるはずである。そのような粉末組成物および圧縮方法は、種々の利点の中でも特に、低い圧縮圧力で密度を増加させ、加圧成形部材を取り外すのに要する抜き出し力を低減させ、そして型の摩耗を減少させることを可能にする。

【0006】

【発明が解決しようとする課題】本発明は、上記のように高い成形温度でも潤滑性を確保して行なうことができる焼結金属部材の製造方法、およびそのための金属粉末組成物を提供することを目的とする。

【0007】

【課題を解決するための手段】すなわち本発明は、アミド潤滑剤を含む金属粉末組成物から焼結部材を製造するための方法を提供する。また、本発明は鉄基粉末、およびモノカルボン酸と、ジカルボン酸と、ジアミンとの反応生成物であるアミド潤滑剤を含む新しい金属粉末組成物を提供する。この組成は、約370°C以下の温度で、好ましくは約150~260°Cの範囲で、通常の圧力でもって型で加圧成形でき、そして加圧成形した組成物は、次の通常の方法でもって焼結される。

【0008】この方法とこの組成物は、いずれの鉄基粉末組成物にも有効である。「鉄基粉末」とは粉末冶金の実施に通常使用されている鉄を含むあらゆる粒子を意味しているものであり、ここでの鉄を含む粒子としては、実質上の純鉄の粒子、例えば遷移金属及び/又はその他の強化元素のような合金元素と鉄の混合物の粒子、および予め合金化した（ブレアロイド）鉄粒子等があるが、特にこれらに限定されない。

【0009】用いられる潤滑剤の量は金属粉末と潤滑剤の総量を基にした組成物の約15wt%以下である。好ましい実施態様においては約0.1~約10wt%の潤滑剤が含有される。本発明の潤滑剤は反応生成物の混合物であるため、これらは250°C以上の幅の温度範囲で溶解する。用いる個々の潤滑剤に応じて、約150°C (30°F) と260°C (500°F) の間の温度で溶解が

開始し、この潤滑剤としての混合物はこの溶解開始点から250°Cの高温で完全に溶解する。

【0010】

【実施例】改良した機械的諸性質を持つ焼結金属部材を製造する方法を説明する。本発明の方法は加圧成形に先だって鉄基粉末と混合させたアミド潤滑剤を用いる。潤滑剤が存在することによって高温で著しい型摩耗を生ずることなく粉末組成物を加圧成形することが可能になる。加圧成形した組成物は、「グリーン」（未焼結状態）での強度および密度等の諸性質が向上している。加圧成形した組成物は従来の手段によって焼結できる。

【0011】本発明による金属粉末組成物は、粉末冶金法で通常に用いられる程度の鉄基粒子を含んでいる。本明細書で「鉄基」粒子と呼称するものの例は、実質的に純粹な鉄から成る粒子、最終製品の強度、硬化性、電磁気的な諸性質、又はその他の望ましい諸性質を高めるその他の元素（例えば鋼を作る元素）を含むブレアロイド鉄粒子、および上記のような合金元素の粒子と鉄粒子とを混合したものである。

【0012】本発明に使用できる実質的に純粹な鉄から成る粉末は、約1.0wt%以下、好ましくは約0.5wt%以下の通常の不純物を含む鉄の粉末である。そのような良好で圧縮可能な例として、冶金学程度の鉄粉末は、ニュージャージ（New Jersey）、リバートン（Riverton）Hoeganaes Corporation から入手できる純粹の鉄粉末のAncorsteel（登録商標）1000系統である。

【0013】この鉄基粉末は、最終金属部品の機械的性質等を向上させる合金化元素を一種又はそれ以上添加してあってもよい。このような鉄基粉末は、純粹の鉄の粉末と合金元素の粉末との混合物であってもよいし、また好ましい態様においては、一種又はそれ以上の上記元素とブレアロイド鉄粉末であってもよい。鉄粉末と合金元素粉末との混合物は、公知の機械的混合技術を用いて準備する。このブレアロイド粉末は、鉄と望ましい合金元素との溶融体を作成した後、この溶融体を噴霧化し、この噴霧化した小滴を凝固させて粉末を形成することによって準備できる。

【0014】鉄基粉末に混合できる合金元素としては、例えばモリブデン、マンガン、マグネシウム、クロム、珪素、銅、ニッケル、金、バナジウム、ニオブ（コロンビウム）、黒鉛、燐、アルミニウムおよびこれらの組合せを用いることができるが、これらに限定されるものではない。合金元素又は混合される元素の量は最終金属部品に望まれる性質に依存する。このような合金元素を混合したブレアロイド鉄粉末はAncorsteel（登録商標）系列の粉末の製品としてHoeganaes Corporationから入手できる。合金元素粉末と純粹の鉄粉末との予備混合物は、Ancorsteel（登録商標）粉末と同様にHoeganaes Corp. から入手できる。

【0015】好ましい鉄基粉末はモリブデン(Mo)とブレアロイド鉄から成る。この粉末は約0.5～約2.5wt%のMoを含む実質的に純粹な鉄の溶融体を噴霧化することによって製造される。このような粉末としては、例えば0.85wt%のMoとその他の材料として合計で約0.4wt%以下のマンガン、クロム、珪素、銅、ニッケル、モリブデン及びアルミニウムと約0.02wt%以下の炭素とを含むHoeganaes Ancorsteel(登録商標)85HPの鋼粉末がある。このような粉末のその他の一例は、約0.5～0.6wt%のMo、約1.5～2.0wt%のニッケル、および約0.1～0.25wt%のマンガン、および0.02wt%以下の炭素を含むHoeganaes Ancorsteel(登録商標)4600Vの鋼の粉末である。

【0016】本発明に使用できるもう一つのブレアロイド鉄基粉末が、米国特許出願第07/695,209号名称「予め合金化した異種の鉄合金粉末を有する鋼粉末混合物」(1991年3月3日出願)に開示されており、本発明はその全体を参考に取り入れた。この鋼粉末組成物は、異った二種のブレアロイド鉄基粉末の混合物であり、一種類は0.5～2.5wt%のモリブデンと鉄のブレアロイ(予め合金化した物)であり、もう一種類は炭素と少なくとも約2.5wt%の遷移元素成分と鉄とのブレアロイであり、この遷移元素成分はクロム、マンガン、バナジウム及びニオブから成る群から選択された少なくとも一種の元素を含んでいる。この混合物は、この鋼の粉末組成物に少なくとも約0.05wt%の遷移元素成分を与える比率になっている。

【0017】本発明の実施に効果のあるその他の鉄基粉末としては、小量の燐を予め合金化した鉄の粒子のような、強磁性の粉末である。その他の良好な強磁性の材料は、実質的に純粹な鉄の粒子を含む鉄燐合金又は鉄燐化合物のようなフェロホステル粉末の混合物である。このような粉末混合物はTengzelius等の米国特許第3,836,355号(1974年9月発行)およびSvensson等の米国特許第4,093,449号(1978年6月発行)に開示されている。

【0018】鉄又はブレアロイド鉄の粒子は、1ミクロン程度又はそれ以下、又は約850～1000ミクロン以下の重量平均粒子であってよいが、通常はこの粒子は約10～500ミクロンの範囲の重量平均粒子径を有する。好ましくは約350ミクロン以下の最大平均粒子径を持つ鉄又はブレアロイド鉄粒子である。合金元素の粒子と鉄粒子との混合物である鉄基粉末に関しては、一般に合金元素の粒子自体は、この合金元素と混合する鉄粒子より細い粒径であることが理解されるであろう。この合金元素粒子は重量平均粒子径が通常約100ミクロン以下、好ましくは約75ミクロン以下、さらに好ましくは約5～20ミクロンの範囲である。

【0019】本発明の金属粉末組成物は、本質的に高融

点ワックスであるアミド潤滑剤をも含有する。この潤滑剤はジカルボン酸、モノカルボン酸、及びジアミンの縮合体である。このジカルボン酸は、Rが炭素原子4～10個、好ましくは約6～8個の飽和又は不飽和線状脂肪鎖である一般式HOOC(R)COOHを持つ線状酸である。好ましくは、このジカルボン酸はC₆～C₁₀飽和酸である。セバシン酸は好ましいジカルボン酸である。ジカルボン酸は出発材料としての反応体の約10から約30wt%の量で存在する。

10 【0020】前述のモノカルボン酸は飽和又は不飽和C₁₀～C₁₂脂肪酸である。好ましくはこのモノカルボン酸はC₁₁～C₁₂飽和酸である。ステアリン酸は好ましい飽和モノカルボン酸である。好ましい不飽和モノカルボン酸はオレイン酸である。このモノカルボン酸は出発材料としての反応体の約10から約30wt%の量で存在する。

【0021】前述のジアミンはアルキレンジアミンであり、好ましくは一般式が(CH₂)_x(NH₂)₂であり、ここでxは約2～6の整数である。エチレンジアミンは好ましいジアミンである。このジアミンは、出発材料としての反応体の約40から約80wt%の量で存在してアミド生成物を形成する。前述の縮合反応は好ましくは、約260°～280°Cの温度及び約7気圧以下の圧力で行う。この反応は好ましくは液体状態で行う。このジアミンが液体状態である反応条件の下では、この反応は反応溶媒として振舞うジアミンを過多にして実行できる。この反応が前述のように好ましい高い温度で行われると、比較的大きな分子量のジアミンでも通常液体状態となり得る。トルエン、又はP-キシレンのような溶媒を反応混合物に混合できるが、この溶媒は反応が完了した後に、蒸留又は簡単な真空除去によってなしとげられる除去をしなければならない。この反応は好ましくは0.1wt%のメチル・アセテート及び0.001wt%の亜鉛粉末のような触媒の存在下で且つ窒素のような不活性雰囲気の下で行う。この反応は通常は約6時間以内で完了し得る。

30 【0022】縮合反応によって形成する潤滑剤は、融点でなく溶融範囲を持つという特徴があるアミドの混合物である。当業者に理解されるように、一般にこの反応生成物は混合物であり、この混合物の各成分は分子量の違いに応じて性質も異なる。反応生成物は一般にジアミド、モノアミド、ビスアミド、及びポリアミドの混合物として特徴づけることができる。この好ましいアミド生成物は、少なくとも約50wt%、さらに好ましくは少なくとも65%、最も好ましくは少なくとも75%のジアミド化合物を含む。この好ましいアミド生成物は、炭素原子数が6～10で、量の範囲が144～200である対応する重量平均分子を含有する。好ましいジアミド生成物はN,N'-複合(2-[(1-オキソオクタデシル)アミノ]エチル)ジアミドである。

40 【0023】本発明の金属粉末組成物は、本質的に高融点ワックスであるアミド潤滑剤をも含有する。この潤滑剤はジカルボン酸、モノカルボン酸、及びジアミンの縮合体である。このジカルボン酸は、Rが炭素原子4～10個、好ましくは約6～8個の飽和又は不飽和線状脂肪鎖である一般式HOOC(R)COOHを持つ線状酸である。好ましくは、このジカルボン酸はC₆～C₁₀飽和酸である。セバシン酸は好ましいジカルボン酸である。ジカルボン酸は出発材料としての反応体の約10から約30wt%の量で存在する。

50 【0024】前述のモノカルボン酸は飽和又は不飽和C₁₀～C₁₂脂肪酸である。好ましくはこのモノカルボン酸はC₁₁～C₁₂飽和酸である。ステアリン酸は好ましい飽和モノカルボン酸である。好ましい不飽和モノカルボン酸はオレイン酸である。このモノカルボン酸は出発材料としての反応体の約10から約30wt%の量で存在する。

【0025】前述のジアミンはアルキレンジアミンであり、好ましくは一般式が(CH₂)_x(NH₂)₂であり、ここでxは約2～6の整数である。エチレンジアミンは好ましいジアミンである。このジアミンは、出発材料としての反応体の約40から約80wt%の量で存在してアミド生成物を形成する。前述の縮合反応は好ましくは、約260°～280°Cの温度及び約7気圧以下の圧力で行う。この反応は好ましくは液体状態で行う。このジアミンが液体状態である反応条件の下では、この反応は反応溶媒として振舞うジアミンを過多にして実行できる。この反応が前述のように好ましい高い温度で行われると、比較的大きな分子量のジアミンでも通常液体状態となり得る。トルエン、又はP-キシレンのような溶媒を反応混合物に混合できるが、この溶媒は反応が完了した後に、蒸留又は簡単な真空除去によってなしとげられる除去をしなければならない。この反応は好ましくは0.1wt%のメチル・アセテート及び0.001wt%の亜鉛粉末のような触媒の存在下で且つ窒素のような不活性雰囲気の下で行う。この反応は通常は約6時間以内で完了し得る。

【0026】縮合反応によって形成する潤滑剤は、融点でなく溶融範囲を持つという特徴があるアミドの混合物である。当業者に理解されるように、一般にこの反応生成物は混合物であり、この混合物の各成分は分子量の違いに応じて性質も異なる。反応生成物は一般にジアミド、モノアミド、ビスアミド、及びポリアミドの混合物として特徴づけることができる。この好ましいアミド生成物は、少なくとも約50wt%、さらに好ましくは少なくとも65%、最も好ましくは少なくとも75%のジアミド化合物を含む。この好ましいアミド生成物は、炭素原子数が6～10で、量の範囲が144～200である対応する重量平均分子を含有する。好ましいジアミド生成物はN,N'-複合(2-[(1-オキソオクタデシル)アミノ]エチル)ジアミドである。

【0023】各アミドの混合物を含有する反応生成物は温間圧縮の冶金潤滑剤として適切である。この潤滑剤はモノアミドが存在することによって、圧縮条件で液体潤滑剤として作用し得ると同時に、ジアミドと比較的高い融点の成分とによって上記条件下で液体潤滑剤と固体潤滑剤の両方として作用する。このアミド潤滑剤は全体として、約150°C(300°F)から260°C(500°F)まで、好ましくは約200°C(400°F)から260°C(500°F)までの温度で溶融し始める。一般にこのアミド生成物は、この溶融開始温度より約250°C高い温度で完全に溶融するが、このアミド反応生成物の溶融温度範囲は約100°C以下であることが好ましい。

【0024】この好ましいアミド生成混合物は、酸価が約2.5～約5、合計アミン値が約5～15、25°Cでの密度が約1.02、引火点が約285°C(545°F)であって、水に不溶性である。好ましい潤滑剤は、約200°Cと300°Cの間に溶融開始を持つエチレンーピーステアラミドとしてオハイオ(Ohio)、シンシナチ(Cincinnati)のMorton Internationalで販売されているADVAWAX(登録商標)450アミドとして商業的に入手できる。

【0025】一般にこのアミド潤滑剤は固体粒子の形状で本発明の組成物に添加される。潤滑剤の粒子径は変えることができるが、好ましくは約100ミクロン以下である。最も好ましい潤滑剤粒子は約5～50ミクロンの重量平均粒子径を有する。この潤滑剤は組成物全体の約15wt%以下の量の鉄基粉末と混合される。潤滑剤の量は、組成物の好ましくは約0.1～約10wt%、さらに好ましくは約0.1～1.0wt%、最も好ましくは約0.2～0.8wt%である。この鉄基金属粒子および潤滑剤粒子は、従来の混合技術によって、好ましくは乾燥状態で一緒に混合され、実質上均質の粒子配合物となる。

【0026】既に説明したように、この鉄基金属粉末とアミド潤滑物の粒子とを含むこの金属粉末組成物は型の中で、好ましくは冶金学上で理解された「温間」温度で加圧成形される。そして加圧成形された「グリーン」部*

【表1】 9.9%のAncorsteel(登録商標)4600V、0.5%の黒鉛、0.5%のADVAWAX(登録商標)450から成る温間圧縮した混合物のグリーン密度(g/cc)とグリーン強度(psi)

加圧成形 温度 (°C)	加圧成形圧力(tsi)					
	3.0 (31.9Kg/mm ²)		4.0 (42.6Kg/mm ²)		5.0 (53.2Kg/mm ²)	
	グリーン 密度 (Kg/cm ³)	グリーン 強度 (Kg/cm ²)	グリーン 密度 (Kg/cm ³)	グリーン 強度 (Kg/cm ²)	グリーン 密度 (Kg/cm ³)	グリーン 強度 (Kg/cm ²)
外圧	6.71 (100.5)	1430	6.90 (125.8)	1790	7.06 (147.6)	2100

*材は、その後型から取り出され、標準的な冶金技術に従って焼結される。この金属粉末組成物は、約370°C(700°F)以下の加圧成形温度(加圧成形中のこの組成物の温度として測定される)で圧縮される。好ましくはこの加圧成形は100°C(212°F)以上の温度で行い、さらに好ましくは約150°C(300°F)～約260°C(500°F)の間の温度で行う。典型的な加圧成形圧力は約5～200ton/inch²(69～2760MPa)であり、好ましくは約20～100tsi(276～1379MPa)であり、さらに好ましくは約25～60tsi(345～828MPa)である。この金属粉末組成物中に潤滑剤が存在することによって、組成物のこの温間加圧成形を実用的且つ経済的に行うことができる。この潤滑剤は、型から加圧成形した部材を抜き出す時に型壁で発生する取り外しおよび滑動圧力を減少し、型壁のかじりを減少し且つ型の寿命を延長する。加圧成形後に、標準的な冶金技術に従ってこの部品は、この鉄基粉末組成物に適した温度等の諸条件下で焼結される。

【0027】高い加圧成形温度で本発明の潤滑剤を使用して形成された加圧成形部材が向上したことは、グリーン状態および焼結後の密度、曲げ破壊強さおよび硬さ(R_u)の増加によって示される。この金属粉末組成物を種々の温度と圧力で加圧成形して棒状試料を準備した。この棒は長さが約1.25inch(31.8mm)、幅が約0.5inch(12.7mm)、高さが約0.25inch(6.35mm)であった。

【0028】Hoeganaes Corp.のAncorsteel(登録商標)4600V(0.01wt%のC、0.54wt%のMn、0.184wt%のNi、0.17wt%のMn、0.16wt%の酸素を有し、+100メッシュが11wt%および-325メッシュが21wt%の粒子範囲を持つ鉄基粉末組成物)を約9.9wt%、約0.5wt%の黒鉛、および約0.5wt%のADVAWAX(登録商標)450アミドとの混合物から作られた組成物を加圧成形した棒のグリーン密度およびグリーン強度は表1に示される。

【0029】

9						10
200	6.74	1810	7.00	2350	7.19	2900
(93.3)		(127.3)		(165.2)		(203.9)
300	6.79	2400	7.03	3100	7.25	3850
(148.9)		(168.7)		(218.0)		(270.7)
400	6.84	3520	7.08	4400	7.25	5070
(204.4)		(247.5)		(309.6)		(356.5)
475	6.87	4320	7.15	5440	7.31	6090
(246.1)		(303.7)		(382.5)		(428.2)

() 内の数値は、摂氏温度及びtsi とpsi のメートル法への換算値。

【0030】前述と同じ混合物 (9.9 wt%のAncorsteel 10* 強さはMetal Powder Industries Federationによって発行 (登録商標) 4600V、0.5 wt%の黒鉛、0.5 wt%のADV A WAX (登録商標) 450) を種々の加圧成形圧力と温度で圧縮した後に、分解アンモニア雰囲気 (75%H₂、25%N) 中で30分間2050°F (1121°C) で焼結した結果を表2に示す。曲げ破断*

【0031】

【表2】 9.9%のANCORSTEEL (登録商標) 4600V、0.5%のADV A WAX (登録商標) 450、0.5%の黒鉛から成る温間圧縮混合物の焼結諸性質

加圧成形 温度	加圧成形圧力 (tsi)	焼結密度 (g/cc)	曲げ破断強度 (psi)	硬 度 (R _s)
外圧	25 (26.6)	6.36	78,900 (5,547)	49
	30 (31.9)	6.64	96,690 (6,798)	61
	35 (37.2)	6.83	111,670 (7,851)	67
	40 (42.6)	6.95	122,749 (8,630)	72
	45 (47.9)	7.03	135,802 (9,548)	75
	50 (53.2)	7.10	139,233 (9,789)	77
	55 (58.5)	7.17	149,492 (10,510)	79
200°F (93.3°C)	25 (26.6)	6.55	94,647 (6,654)	56
	30 (31.9)	6.79	112,044 (7,877)	65
	35 (37.2)	6.95	126,339 (8,882)	72
	40 (42.6)	7.04	135,394 (9,519)	75
	45 (47.9)	7.12	148,230 (10,422)	79
	50 (53.2)	7.21	155,297 (10,918)	81
	55 (58.5)	7.27	161,581 (11,360)	82
300°F (148.9°C)	25 (26.6)	6.60	98,064 (6,895)	58
	30 (31.9)	6.78	115,698 (8,134)	65
	35 (37.2)	6.96	134,287 (9,441)	71
	40 (42.6)	7.07	146,293 (10,285)	75
	45 (47.9)	7.23	162,314 (11,412)	81
	50 (53.2)	7.26	164,591 (11,572)	82
	55 (58.5)	7.32	170,721 (12,003)	84
400°F (204.4°C)	25 (26.6)	6.63	103,920 (7,306)	61
	30 (31.9)	6.83	122,536 (8,615)	67
	35 (37.2)	6.99	138,180 (9,715)	74
	40 (42.6)	7.13	157,300 (11,059)	79
	45 (47.9)	7.23	168,528 (11,849)	82

11

	50	(53.2)	7.29	176,065 (12,379)	84
	55	(58.5)	7.31	175,690 (12,352)	85
475° F (246.1 °C)	25	(26.6)	6.59	98,597 (6,932)	58
	30	(31.9)	6.92	130,274 (9,159)	71
	35	(37.2)	7.05	148,318 (10,428)	75
	40	(42.6)	7.27	159,208 (11,193)	80
	45	(47.9)	7.27	171,762 (12,076)	82
	50	(53.2)	7.37	182,494 (12,831)	85
	55	(58.5)	7.37	182,494 (12,831)	84

() 内の数値は、摂氏温度及び tsi と psi のメートル法への換算値。

【0032】表3に本質的に0.85wt%のモリブデンと予め合金化した93.05wt%の鉄(Hoeganaes Corp. から入手できるAncorsteel(登録商標)85HP粉末)、4wt%のニッケル粉末(Incocorporationの等級

123)、2wt%の-100メッシュ銅粉末、0.45wt%の黒鉛、および0.5wt%のADVAWAX(登録*

*商標)450との混合物について同様の試験を行った結果を示す。種々の圧力と温度で加圧成形した後、この試験片を30分間2050°F(1121°C)の温度で分解アンモニア中で焼結した。

【0033】

【表3】4%のニッケル、2%の銅、0.45%の黒鉛および0.5%ADVAWAX(登録商標)450と93.05%のANCORSTEEL(登録商標)85HP鉄基粉末の温間圧縮混合物の焼結諸性質

加圧成形 温度	加圧成形圧力 (tsi)	焼結密度 (g/cc)	曲げ破断強度 (psi)	硬 度 (R _u)
外圧	25 (26.6)	6.62	158,400 (11,137)	87
	30 (31.9)	6.78	176,810 (12,431)	90
	35 (37.2)	6.90	185,930 (13,072)	94
	40 (42.6)	6.97	195,390 (13,737)	95
	45 (47.9)	7.03	196,509 (13,816)	96
	50 (53.2)	7.10	199,080 (13,997)	97
	55 (58.5)	7.13	199,031 (13,993)	97
200° F (93.3 °C)	25 (26.6)	6.70	172,510 (12,129)	90
	30 (31.9)	6.88	189,550 (13,327)	94
	35 (37.2)	6.99	206,250 (14,501)	96
	40 (42.6)	7.09	220,210 (15,482)	97
	45 (47.9)	7.15	221,270 (15,557)	99
	50 (53.2)	7.17	228,990 (16,100)	99
	55 (58.5)	7.20	230,000 (16,171)	100
300° F (148.9 °C)	25 (26.6)	6.81	183,350 (12,891)	91
	30 (31.9)	6.96	203,500 (14,307)	96
	35 (37.2)	7.13	228,140 (16,040)	97
	40 (42.6)	7.20	243,270 (17,104)	99
	45 (47.9)	7.26	230,560 (16,210)	99
	50 (53.2)	7.29	242,500 (17,049)	101
	55 (58.5)	7.30	243,990 (17,154)	101
400° F (204.4 °C)	25 (26.6)	6.82	186,930 (13,142)	93
	30 (31.9)	7.06	222,660 (15,655)	97
	35 (37.2)	7.16	240,100 (16,880)	99

13

						14
	40	(42.6)	7.25	259,690	(18,047)	101
	45	(47.9)	7.31	266,100	(18,709)	101
	50	(53.2)	7.30	252,240	(17,734)	101
	55	(58.5)	7.31	266,640	(18,747)	102
475° F (246.1 °C)	25	(26.6)	6.89	196,740	(13,832)	94
	30	(31.9)	7.14	236,800	(16,649)	98
	35	(37.2)	7.22	243,320	(17,107)	100
	40	(42.6)	7.27	255,360	(17,954)	100
	45	(47.9)	7.32	246,150	(17,306)	100
	50	(53.2)	7.33	248,270	(17,455)	101
	55	(58.5)	7.31	246,660	(17,342)	102

() 内の数値は、摂氏温度及びtsi とpsi のメートル法への換算値。

【0034】表4は、約9.6. 3.5wt%の鉄粉末 (Hoeganaes Corp. から入手できるAncorsteel (登録商標) 1000、A1000)、2wt%の-100メッシュの銅粉末、0.9wt%の黒鉛、0.75wt%のADVAWAX (登録商標) 450との混合物のグリーン状態および*

* 焼結後の密度を示す。種々の温度と圧力での加圧成形の後で、これらの試験片は2050° F (1121°C) の温度で分解アンモニア中で30分間焼結された。

【0035】

【表4】温間圧縮した混合物 (9.6. 3.5%のA1000、2%の銅、0.9%の黒鉛及び0.75%のADVAWAX (登録商標) 450) のグリーン及び焼結部材の密度 (g/cc)

温度: ° F (°C)	加圧成形圧力 (tsi)					
	3 0 (31.9Kg/mm²)		4 0 (42.6Kg/mm²)		5 0 (53.2Kg/mm²)	
	加圧成形 密度	グリーン 密度	焼結物 密度	グリーン 密度	焼結物 密度	グリーン 密度
外 囲	6.73	6.65	6.83	6.73	7.06	7.00
200(93.3)	6.89	6.80	7.08	6.99	7.15	7.07
300(148.9)	7.01	6.91	7.16	7.08	7.18	7.13
400(204.4)	7.01	6.92	7.13	7.09	7.14	7.11

() 内の数値は、摂氏温度及びtsi のメートル法への換算値。

【0036】取り外し力は、型から加圧成形した部材が動きを開始するに必要な最高圧力によって評価できる。型から部材の取り外しは、型 (ダイ) と押し型 (パンチ) の組立て体からなる二種類の押し型のままで一つを取り除いた後に、型を部材を押し出すための静止第二押し型を通過させて、押すことによって行う。この型の運動によって部材に負荷された力が、静止押し型にも伝達される。ロード・セル (荷重検出装置) を押し型に設置しておき、発生した最高荷重 (ボンドで) を記録することができる。この荷重は、型と接触している部材の面積で※

※ 荷重を割り算することで、圧力に変換することができる (直方体の棒では、圧力=荷重/(2×高さ×(長さ+幅)))。前述の混合物 (Ancorsteel (登録商標) 1000+2%Cu+0.9%黒鉛+0.75%ADVAWAX (登録商標) 450) について種々の圧力と温度で測定を行った結果を表5に示す。この取り外し力は、粉末冶金部材の製造に対して十分に許容できる水準範囲内にある。

【0037】

【表5】温間圧縮した混合物 (A1000+2%の銅+0.9%の黒鉛+0.75%のADVAWAX (登録商標) 450) の最高取り外し力 (tsi)

加圧成形	加圧成形圧力 (tsi)		
	3 0 (31.9Kg/mm²)	4 0 (42.6Kg/mm²)	5 0 (53.2Kg/mm²)
最大取り外し			

15		16	
温度: ° F (°C)	圧力 (tsi) (Kg/mm ²)	圧力 (tsi) (Kg/mm ²)	圧力 (tsi) (Kg/mm ²)
外 囲	2.49 (2.65)	3.15 (3.35)	3.34 (3.35)
200 (93.3)	2.03 (2.16)	2.07 (2.20)	2.16 (2.30)
300 (148.9)	1.81 (1.92)	2.01 (2.14)	2.12 (2.25)
400 (204.4)	2.05 (2.18)	2.25 (2.39)	2.14 (2.28)

() 内の数値は、摂氏温度及びtsi のメートル法への換算値。

【手続補正書】

【提出日】平成4年10月6日

* 【補正方法】変更

【手続補正1】

【補正内容】

【補正対象書類名】明細書

【0029】

【補正対象項目名】0029

*

〔表1〕 99%のAncorsteel (登録商標) 4600V、0.5%の黒鉛、0.5%のADVAWAX (登録商標) 450から成る温間圧縮した混合物のグリーン密度 (g/cc) とグリーン強度 (psi)

温度° F (°C)	加圧成形圧力 (tsi)					
	30 (42.2Kg/mm ²)		40 (56.2Kg/mm ²)		50 (70.3Kg/mm ²)	
	加圧成形 グリーン 密度 (Kg/cm ²)	グリーン 強度 (Kg/cm ²)	加圧成形 グリーン 密度 (Kg/cm ²)	グリーン 強度 (Kg/cm ²)	加圧成形 グリーン 密度 (Kg/cm ²)	グリーン 強度 (Kg/cm ²)
外 囲	6.71 (100.5)	1430 (125.8)	6.90 (125.8)	1790 (147.6)	7.06 (147.6)	2100 (147.6)
200 (93.3)	6.74 (127.3)	1810 (165.2)	7.00 (165.2)	2350 (203.9)	7.19 (203.9)	2900 (203.9)
300 (148.9)	6.79 (168.7)	2400 (218.0)	7.03 (218.0)	3100 (270.7)	7.25 (270.7)	3850 (270.7)
400 (204.4)	6.84 (247.5)	3520 (309.6)	7.08 (309.6)	4400 (356.5)	7.25 (356.5)	5070 (356.5)
475 (246.1)	6.87 (303.7)	4320 (382.5)	7.15 (382.5)	5440 (428.2)	7.31 (428.2)	6090 (428.2)

() 内の数値は、摂氏温度及びtsi とpsi のメートル法への換算値。

【手続補正2】

* 【補正方法】変更

【補正対象書類名】明細書

【補正内容】

【補正対象項目名】0031

* 【0031】

〔表2〕 99%のANCORSTEEL (登録商標) 4600V、0.5%のADVAWAX (登録商標) 450、0.5%の黒鉛から成る温間圧縮混合物の焼結諸性質

加圧成形 温度	加圧成形圧力 (tsi)	焼結密度 (g/cc)	曲げ破断強度 (psi)	硬 度 (R ₆)
外 囲	25 (35.2)	6.36	78,900 (5,547)	49
	30 (42.2)	6.64	96,690 (6,798)	61

35	(49.2)	6.83	111,670	(7,851)	67
40	(56.2)	6.95	122,749	(8,630)	72
45	(63.3)	7.03	135,802	(9,548)	75
50	(70.3)	7.10	139,233	(9,789)	77
55	(77.3)	7.17	149,492	(10,510)	79
200° F (93.3 °C)	25	(35.2)	6.55	94,647	(6,654)
	30	(42.2)	6.79	112,044	(7,877)
	35	(49.2)	6.95	126,339	(8,882)
	40	(56.2)	7.04	135,394	(9,519)
	45	(63.3)	7.12	148,230	(10,422)
	50	(70.3)	7.21	155,297	(10,918)
	55	(77.3)	7.27	161,581	(11,360)
300° F (148.9 °C)	25	(35.2)	6.60	98,064	(6,895)
	30	(42.2)	6.78	115,698	(8,134)
	35	(49.2)	6.96	134,287	(9,441)
	40	(56.2)	7.07	146,293	(10,285)
	45	(63.3)	7.23	162,314	(11,412)
	50	(70.3)	7.26	164,591	(11,572)
	55	(77.3)	7.32	170,721	(12,003)
400° F (204.4 °C)	25	(35.2)	6.63	103,920	(7,306)
	30	(42.2)	6.83	122,536	(8,615)
	35	(49.2)	6.99	138,180	(9,715)
	40	(56.2)	7.13	157,300	(11,059)
	45	(63.3)	7.23	168,528	(11,849)
	50	(70.3)	7.29	176,065	(12,379)
	55	(77.3)	7.31	175,690	(12,352)
475° F (246.1 °C)	25	(35.2)	6.59	98,597	(6,932)
	30	(42.2)	6.92	130,274	(9,159)
	35	(49.2)	7.05	148,318	(10,428)
	40	(56.2)	7.27	159,208	(11,193)
	45	(63.3)	7.27	171,762	(12,076)
	50	(70.3)	7.37	182,494	(12,831)
	55	(77.3)	7.37	182,494	(12,831)

() 内の数値は、摂氏温度及びtsi とpsi のメートル法への換算値。

【手続補正3】

* 【補正方法】変更

【補正対象書類名】明細書

【補正内容】

【補正対象項目名】0033

* 【0033】

〔表3〕 4%のニッケル、2%の銅、0.45%の黒鉛および0.5%A
DVAWAX (登録商標) 450と93.05%のANCOR STEEL (登録
商標) 85HP鉄基粉末の温間圧縮混合物の焼結諸性質

加圧成形 温度	加圧成形圧力 (tsi) (kg/mm ²)	焼結密度 (g/cc)	曲げ破断強度 (psi) (kg/cm ²)	硬 度 (R _u)
外圧	25 (35.2)	6.62	158,400 (11,137)	87
	30 (42.2)	6.78	176,810 (12,431)	90
	35 (49.2)	6.90	185,930 (13,072)	94

40	(56.2)	6.97	195,390	(13,737)	95
45	(63.3)	7.03	196,509	(13,816)	96
50	(70.3)	7.10	199,080	(13,997)	97
55	(77.3)	7.13	199,031	(13,993)	97
200° F (93.3 °C)	25 (42.2)	6.70	172,510	(12,129)	90
	30 (49.2)	6.88	189,550	(13,327)	94
	35 (56.2)	6.99	206,250	(14,501)	96
	40 (63.3)	7.09	220,210	(15,482)	97
	45 (70.3)	7.15	221,270	(15,557)	99
	50 (77.3)	7.17	228,990	(16,100)	99
	55 (35.2)	7.20	230,000	(16,171)	100
300° F (148.9 °C)	25 (42.2)	6.81	183,350	(12,891)	91
	30 (49.2)	6.96	203,500	(14,307)	96
	35 (56.2)	7.13	228,140	(16,040)	97
	40 (63.3)	7.20	243,270	(17,104)	99
	45 (70.3)	7.26	230,560	(16,210)	99
	50 (77.3)	7.29	242,500	(17,049)	101
	55 (35.2)	7.30	243,990	(17,154)	101
400° F (204.4 °C)	25 (42.2)	6.82	186,930	(13,142)	93
	30 (49.2)	7.06	222,660	(15,655)	97
	35 (56.2)	7.16	240,100	(16,880)	99
	40 (63.3)	7.25	259,690	(18,047)	101
	45 (70.3)	7.31	266,100	(18,709)	101
	50 (77.3)	7.30	252,240	(17,734)	101
	55 (35.2)	7.31	266,640	(18,747)	102
475° F (246.1 °C)	25 (42.2)	6.89	196,740	(13,832)	94
	30 (49.2)	7.14	236,800	(16,649)	98
	35 (56.2)	7.22	243,320	(17,107)	100
	40 (63.3)	7.27	255,360	(17,954)	100
	45 (70.3)	7.32	246,150	(17,306)	100
	50 (77.3)	7.33	248,270	(17,455)	101
	55 (35.2)	7.31	246,660	(17,342)	102

() 内の数値は、摂氏温度及びtsi とpsi のメートル法への換算値。

【手続補正4】

* 【補正方法】変更

【補正対象書類名】明細書

【補正内容】

【補正対象項目名】0035

* 【0035】

〔表4〕 溫間圧縮した混合物 (9.6. 35%のA1000、2%の銅、0.9%の黒鉛及び0.75%のADVAWAX (登録商標) 450) のグリーン及び焼結部材の密度 (g/cc)

加圧成形圧力 (tsi)					
	3 0 (42.2kg/mm ²)	4 0 (56.2kg/mm ²)	5 0 (70.3kg/mm ²)		
加圧成形 温度: ° F (°C)	グリーン 密度	焼結物 密度	グリーン 密度	焼結物 密度	グリーン 密度

外 囲	6.73	6.65	6.83	6.73	7.06	7.00
200(93.3)	6.89	6.80	7.08	6.99	7.15	7.07
300(148.9)	7.01	6.91	7.16	7.08	7.18	7.13
400(204.4)	7.01	6.92	7.13	7.09	7.14	7.11

() 内の数値は、摂氏温度及びtsi のメートル法への換算値。

【手続補正5】

* 【補正方法】変更

【補正対象書類名】明細書

【補正内容】

【補正対象項目名】0037

* 【0037】

〔表5〕 溫間圧縮した混合物 (A1000+2%の銅+0.9%の黒鉛+0.75%のADVAWAX (登録商標) 450) の最高取り外し力 (tsi)

加圧成形圧力 (tsi)			
	30 (42.2Kg/mm ²)	40 (56.2Kg/mm ²)	50 (70.3Kg/mm ²)
加圧成形	最大取り外し	最大取り外し	最大取り外し
温度: °F	圧力 (tsi)	圧力 (tsi)	圧力 (tsi)
(°C)	(Kg/mm ²)	(Kg/mm ²)	(Kg/mm ²)
外 囲	2.49 (3.50)	3.15 (4.43)	3.34 (4.70)
200	2.03 (2.85)	2.07 (2.91)	2.16 (3.04)
300	1.81 (2.54)	2.01 (2.83)	2.12 (2.98)
400	2.05 (2.88)	2.25 (3.16)	2.14 (3.01)
400(204.4)	2.05 (2.88)	2.25 (3.16)	2.14 (3.01)

() 内の数値は、摂氏温度及びtsi のメートル法への換算値。